

10/281.632

日本国特許庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日
Date of Application: 2003年 4月 2日

出願番号
Application Number: 特願2003-098770

[ST. 10/C]: [JP 2003-098770]

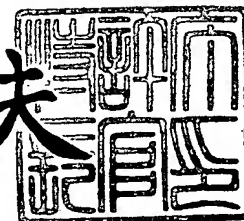
出願人
Applicant(s): ジャパンスーパーコート株式会社
三菱住友シリコン株式会社

CERTIFIED COPY OF
PRIORITY DOCUMENT

2004年 5月17日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

今井康夫



出証番号 出証特2004-3041220

【書類名】 特許願

【整理番号】 JSQ0153

【提出日】 平成15年 4月 2日

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 C03B 20/00

【発明者】

 【住所又は居所】 秋田県秋田市茨島5丁目14番3号 ジャパンスーパー
 クォーツ株式会社開発センター内

 【氏名】 岸 弘史

【発明者】

 【住所又は居所】 秋田県秋田市茨島5丁目14番3号 ジャパンスーパー
 クォーツ株式会社開発センター内

 【氏名】 福井 正徳

【発明者】

 【住所又は居所】 秋田県秋田市茨島5丁目14番3号 ジャパンスーパー
 クォーツ株式会社開発センター内

 【氏名】 辻 義行

【特許出願人】

 【識別番号】 592176044

 【住所又は居所】 東京都千代田区丸の内一丁目5番1号

 【氏名又は名称】 ジャパンスーパークォーツ株式会社

【特許出願人】

 【識別番号】 302006854

 【住所又は居所】 東京都港区芝浦一丁目2番1号

 【氏名又は名称】 三菱住友シリコン株式会社

【代理人】**【識別番号】** 100088719**【弁理士】****【氏名又は名称】** 千葉 博史**【連絡先】** 0 3 - 5 6 1 4 - 8 0 6 1**【手数料の表示】****【予納台帳番号】** 070265**【納付金額】** 21,000円**【提出物件の目録】****【物件名】** 明細書 1**【物件名】** 図面 1**【物件名】** 要約書 1**【包括委任状番号】** 9723341**【プルーフの要否】** 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 電解精製による高純度石英ルツボとその製造方法および引き上げ方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 中空回転モールド内面の石英原料粉をアーク加熱して石英ルツボを製造する際に、モールドとアーク電極の間に電圧をかけてルツボ内周側の熔融石英ガラスに含まれる不純物金属を外周側に移動させて熔融石英ガラス層の純度を高める方法において、生成ガラス層の厚さが 5 mm 以上、未熔融石英層の厚さが 2 mm 以下になるまでアーク熔融を行い、このアーク熔融の間に対地アーク電極電位を ± 500 V 以内に保ち、対地絶縁したモールドに -1000 V \sim -2000 V の電圧を印加することを特徴とする高純度石英ガラスルツボの製造方法。

【請求項 2】 未熔融石英層と生成ガラス層との抵抗が $50000\ \Omega$ 以下である請求項 1 の製造方法。

【請求項 3】 上記電圧印加の間に流れる電気量が 13 C/m^2 以上である請求項 1 または 2 の製造方法。

【請求項 4】 石英ルツボを 1900°C 以上に加熱した状態で熔融石英ガラスに上記電圧を印加することにより、ルツボ内表面直下 1 mm 以内の不純物を低減する請求項 1、2 または 3 の製造方法。

【請求項 5】 上記電圧を印加する時間がアーク熔融時間の 70 % 以下であって、印加時間帯がアーク熔融の中盤から終盤である請求項 1 \sim 4 の何れかに記載する製造方法。

【請求項 6】 アーク電極に対向するモールド上端を実質的に石英ガラスで覆い、またはモールド内周に沿ってモールド上端から高さ 50 mm 以上の石英リング板を設置してアーク電極とモールドとの間を隔離する請求項 1 \sim 5 の何れかに記載する製造方法。

【請求項 7】 モールド内表面に堆積した石英原料粉をアーク熔融し、および/または石英原料粉をモールド内表面に供給しながらアーク熔融する際に、上記電圧を印加する請求項 1 \sim 6 の何れかに記載する製造方法。

【請求項 8】 請求項 1 \sim 7 の何れかの方法によって製造した石英ルツボで

あり、内表面から深さ 1mm の領域に含まれる少なくとも Na および Li が何れも 0.05 ppm 以下であるシリコン単結晶引き上げ用石英ガラスルツボ。

【請求項 9】 天然石英粉を外周側に用い、内周側に高純度合成石英粉を用い、請求項 1～7 の何れかの方法によって製造した石英ルツボであって、内表面から深さ 1mm の領域に含まれる少なくとも Na および Li が何れも 0.05 ppm 以下であるシリコン単結晶引き上げ用石英ガラスルツボ。

【請求項 10】 内表面から深さ 1mm の領域に含まれる Na、Li、K、および Fe がおのおの 0.05 ppm 以下であり、Cu が 0.01 ppm 以下である請求項 8 または 9 の石英ガラスルツボ。

【請求項 11】 シリコン単結晶を引き上げる際に、請求項 1～10 の何れかに記載する石英ガラスルツボを用いたシリコン単結晶引き上げ方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、半導体などに使用するシリコン単結晶を熔融シリコンから引き上げる際に使用される石英ガラスルツボについて、ルツボ内周部分の純度を高めた石英ガラスルツボとその製造方法、およびこの石英ガラスルツボを用いた引き上げ方法に関する。

【0002】

【従来技術】

天然石英には微量のアルカリ金属が含まれている。このアルカリ金属を含有する石英ガラスを半導体工業用の熱処理部材等に使用すると部材の変形や失透が生じやすい。また、シリコン単結晶の引き上げに用いる石英ガラスルツボの場合には、ルツボに含まれるアルカリ金属等の不純物によってシリコン単結晶の品質が影響を受けると言う問題がある。

【0003】

このような問題を解決する手段として、ルツボ内周部を高純度合成石英ガラス層によって形成し、外周部を比較的強度の大きい天然石英によって形成した石英ルツボが提案されている。しかし、引き上げる単結晶の大型化によって、引き上

げ中のルツボの温度や使用時間が厳しい条件下にあり、ルツボ外周側の天然石英層に含まれるアルカリ金属等が内周内側の合成石英層に拡散・溶解し、シリコン単結晶の品質に悪影響を与えるという新たな問題が発生している。一方、ルツボ全体を高純度の合成石英によって製造すれば、不純物拡散の問題は解決するが、合成石英は天然石英に比べて粘度が非常に小さく、全体を合成石英で形成したルツボは変形や座屈などを生じやすく、長時間の使用に耐えられないのが現状である。

【0004】

また、石英ガラスルツボの高性能化を求めるために、ガラスの熔融温度が高くなる傾向にあり（高温にすれば粘度が低下して気泡が抜けやすくなり、また石英ガラスのOH基濃度が低下する）、このためSiO₂の蒸発によるルツボ内表面で不純物が濃縮する問題や、アーク熔融中において先に述べたようなルツボ外周側の天然層から内周側の高純度合成層にアルカリ金属等の不純物が拡散するなどの問題が生じる。ルツボ内周面に含まれるこのような不純物をHFエッチングによって除去しようとする、非常に時間がかかるばかりでなく、長時間のHF洗浄は表面に凹凸（一般的にはHFキズと言われている）が発生し、単結晶の収率がかって低下する。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】

このような状況において、製造した石英ルツボまたは製造中の石英ルツボについて、電圧を印加することによってアルカリ金属等を外周側に移動させて内周側の濃度を低減する方法が提案されている（特公平7-84328号公報）。しかし、ルツボ製造時のアーク放電中にはプラズマ雰囲気になるので、電極をプラスに帯電すると周囲に放電が激しく発生し、またアークプラズマとモールド間の絶縁不十分などの理由によって十分な電解精製を行うのが難しい。因みに、モールドに石英粉を充填し、加熱熔融してルツボを作る場合、モールド上端とルツボの上端は同じ高さになるため、このままではアークプラズマとモールドを電氣的に隔離できない。

【0006】

この他に、熔融石英ガラスを加熱し、10～50KVの直流電圧を印可してアルカリ金属やCuを除去する方法（特公平07-014822号）、天然水晶を粉碎、精製し、アーク熔融してルツボを成形し、これに高電圧を印可する方法（特公平07-080716号）、石英ガラス成形体に電圧を印可して不純物を除く装置（特公平06-104577号）などが知られている。しかし、これらの実施例に示される方法は何れも成形後のルツボを対象としており、アーク熔融中の電解精製ではない。

【0007】

また、これら従来の方法では、ルツボと正負電極との間の電圧印加方法は示されていないが、ルツボ成形体に正負電極を接触させて印加する方法では以下の理由から電解を行うのが難しい。

(イ) 金属板などを接触電極に使うと不純物汚染を招き、単結晶の収率および品質が低下する。

(ロ) カーボンなどの粉末を接触電極に使うと、1100℃以上の温度下ではカーボン粉末が石英と反応して表面が凹凸になり、単結晶収率が低下する。

(ハ) 石英ガラス成形体に電圧を印加する従来手段では、ルツボに変形が生じない温度(1400℃以下)で行うが、負極に石英粉末を使用し、ルツボが5～30mmの石英粉層を有していると印加電圧のほとんどが石英粉層に偏り、内周側のアルカリ金属等は移動しない。この場合、経済的に成り立つ電解をするには、最低でも30000Vの電圧を印加することが必要になり、このような高電圧を高温下で絶縁するのは技術的に非常に困難である。

【0008】

【課題を解決する手段】

本発明は、従来の電解精製における上記問題を解決したものであり、製造中の石英ルツボについて、その内周側部分の不純物濃度を低減する製造方法とその石英ルツボに関する。

【0009】

本発明によれば以下の高純度石英ルツボの製造方法が提供される。

(1) 中空回転モールド内面の石英原料粉をアーク加熱して石英ルツボを製造す

る際に、モールドとアーク電極の間に電圧をかけてルツボ内周側の熔融石英ガラスに含まれる不純物金属を外周側に移動させて熔融石英ガラス層の純度を高める方法において、生成ガラス層の厚さが5mm以上、未熔融石英層の厚さが2mm以下になるまでアーク熔融を行い、このアーク熔融の間に対地アーク電極電位を±500V以内に保ち、対地絶縁したモールドに-1000V~-20000Vの電圧を印加することを特徴とする高純度石英ガラスルツボの製造方法。

(2) 未熔融石英層と生成ガラス層との抵抗が50000Ω以下である上記(1)の製造方法。

(3) 上記電圧印加の間に流れる電気量が13C/m²以上である上記(1)または(2)の製造方法。

(4) 石英ルツボを1900℃以上に加熱した状態で熔融石英ガラスに上記電圧を印加することにより、ルツボ内表面直下1mm以内の不純物を低減する上記(1)、(2)または(3)の製造方法。

(5) 上記電圧を印加する時間がアーク熔融時間の70%以下であって、印加時間帯がアーク熔融の中盤から終盤である上記(1)~(4)の何れかに記載する製造方法。

(6) アーク電極に対向するモールド上端を実質的に石英ガラスで覆い、またはモールド内周に沿ってモールド上端から高さ50mm以上の石英リング板を設置してアーク電極とモールドとの間を隔離する上記(1)~(5)の何れかに記載する製造方法。

(7) モールド内表面に堆積した石英原料粉をアーク熔融し、および/または石英原料粉をモールド内表面に供給しながらアーク熔融する際に、上記電圧を印加する上記(1)~(6)の何れかに記載する製造方法。

【0010】

また、本発明は以下の高純度石英ルツボ、およびこの石英ガラスルツボを用いた引き上げ方法に関する。

(8) 上記(1)~(7)の何れかの方法によって製造した石英ルツボであり、内表面から深さ1mmの領域に含まれる少なくともNaおよびLiが何れも0.05ppm以下であるシリコン単結晶引き上げ用石英ガラスルツボ。

(9) 天然石英粉を外周側に用い、内周側に高純度合成石英粉を用い、上記(1)～(7)の何れかの方法によって製造した石英ルツボであって、内表面から深さ1mmの領域に含まれる少なくともNaおよびLiが何れも0.05ppm以下であるシリコン単結晶引き上げ用石英ガラスルツボ。

(10) 内表面から深さ1mmの領域に含まれるNa、Li、K、およびFeがおのおの0.05ppm以下であり、Cuが0.01ppm以下である上記(8)または(9)の石英ガラスルツボ。

(11) シリコン単結晶を引き上げる際に、上記(1)～(10)の何れかに記載する石英ガラスルツボを用いたシリコン単結晶引き上げ方法。

【0011】

【具体的な説明】

本発明の製造方法は、中空回転モールド内面の石英原料粉をアーク加熱して石英ルツボを製造する際に、モールドとアーク電極の間に電圧をかけてルツボ内周側の熔融石英ガラスに含まれる不純物金属を外周側に移動させて熔融石英ガラス層の純度を高める方法において、生成ガラス層の厚さが5mm以上、未熔融石英層の厚さが2mm以下になるまでアーク熔融を行い、このアーク熔融の間に対地アーク電極電位を±500V以内に保ち、対地絶縁したモールドに-1000V～-20000Vの電圧を印加することを特徴とする高純度石英ガラスルツボの製造方法である。

【0012】

本発明の方法はカーボン製モールドをアースに対して負(-)に印加する。電極を正(+)にすると周囲に放電するので電解を行うのが難しい。また、対地アーク電極電位を±500V以内に保ち、対地絶縁したモールドに-1000V～-20000Vの電解電圧を印加する。対地アーク電極電位が±500Vより高いとモールドとの電位差が小さくなり、不純物の移動が鈍くなる。なお、電圧が高すぎるとモールド等の絶縁が難しくなるので20000V以下の電圧が好ましい。

【0013】

ルツボの製造時に、生成ガラス層の厚さが5mm以上、未熔融石英層の厚さが2mm以下、好ましくは1mm以下になるまでアーク熔融を行い、このアーク熔融の間

に上記電解電圧を印加するのが好ましい。未熔融石英層が2mmよりも厚いとルツボ内表面部分の不純物精製効果が低い。なお、生成ガラス層の厚さが5mm未満では製品として肉厚が不足する。

【0014】

本発明の製造方法において、未熔融石英層と生成ガラス層との抵抗は5000Ω以下であることが好ましい。また、上記電圧印加の間に流れる電気量は13C/m²以上が適当であり、15C/m²以上が好ましい。これより抵抗が大きいとガラスの網目構造下に存在するアルカリ金属や銅などの不純物を経済的に移動させることが難しい。抵抗が50000Ω以下であって流れる電気量が13C/m²以上、好ましくは15C/m²以上であれば、シリカの蒸発による内表面1mm範囲内での不純物濃縮量よりも、電解によってルツボ外周側に移動される量が多くなり、この範囲内を高純度化することができる。

【0015】

1900℃以上に加熱した状態で熔融石英ガラスに上記電圧を印加するのが好ましい。熔融温度がこれよりも低いとルツボ内表面部分の精製効果が低い。さらに、上記電圧を印加する時間はアーク熔融時間の70%以下であって、印加時間帯がアーク熔融の中盤から終盤であるものが好ましい。通常、ルツボの製造工程は(1)形状を作る、(2)気泡を抜く、(3)表面を平滑化する各工程を経るが、工程初期に電解を行うと、ガラスの粘度が高くなり過ぎて、気泡を抜いた後のルツボ表面が平滑化し難くなる。

【0016】

本発明の電解精製による製造方法を実施する装置の一例を図1に示す。図示する装置は、モールド10が回転台11に載置されており、モールド10と回転台11の間には絶縁材12が介在されている。モールド10に電圧を印加するための電極13がモールド10に接触しており、この電極13は対地アースされて電源14に接続されている。

【0017】

石英原料粉を加熱熔融するためのアーク電極（図示省略）とモールド10とを十分に絶縁するため、図2に示すように、アーク電極に対向するモールド上端を

実質的に石英ガラス 20 で覆い、または図 3 に示すように、モールド 10 の内周に沿ってモールド上端から高さ 50 mm 以上に石英リング板 21 を設置してアーク電極とモールド 10 との間を隔離するのが好ましい。

【0018】

本発明の製造方法は、モールド内表面に堆積した石英原料粉をアーク溶融する場合に限らず、石英原料粉をモールド内表面に供給しながらアーク溶融する場合にも適用することができる。また、含有不純物である Na、K、Li、および Fe の濃度が 0.1 ppm 以上の天然石英粉を外周側に用い、内周側に高純度合成石英粉を用いた場合にも適用することができる。

【0019】

シリコン単結晶引き上げの際に、Si と SiO₂ の反応によってルツボ表面に発生するブラウンリングは引き上げ中に剥離して単結晶化率を低下させるので極力少ないことが望ましい。このブラウンリングの密度はガラス表面の不純物濃度に大きく依存するが、本発明の石英ガラスルツボは上記電解精製によってルツボ表面層が高純度化されており、不純物が大幅に少ないのでブラウンリングの発生が極めて少なく、高い単結晶化率を達成することができる。

【0020】

【発明の効果】

本発明の上記製造方法によれば、少なくとも内表面から深さ 1 mm の領域に含まれる Na および Li が何れも 0.05 ppm 以下、好ましくは Na および Li が何れも 0.01 ppm 以下の石英ガラスルツボを得ることができる。また、実施例に示すものは、Na および Li の他に K および Fe の濃度が何れも 0.05 ppm 以下、Cu が 0.01 ppm 以下に低減されている。これはシリコン単結晶引き上げ用石英ガラスルツボとして好適である。

【0021】

【実施例】

以下、本発明を実施例および比較例によって具体的に示す。

〔実施例 1、2〕

表 1 に示す天然石英原料粉を用い、表 2 ～ 表 5 の条件下で電圧を印加しながら

ルツボを製造した。この結果を表2～表5に示した（実施例1）。

表6に示す天然石英原料粉を用い、表7～表10の条件下で電圧を印加しながらルツボを製造した。この結果を表6～表10に示した（実施例2）。

【0022】

【表1】

| ppm | Na | Li | K | Cu | Fe |
|-----|------|------|------|------|------|
| 原料粉 | 0.23 | 0.25 | 0.22 | 0.15 | 0.22 |

【0023】

【表2】

| | 未熔融石英 粉厚(mm) | 熔融温度 (°C) | 抵抗 (Ω) | 電気量 (C/m ²) | 内表面から1mm以内の範囲 | | | | | フリー化 率(%) |
|-------|-----------------|--------------|-----------|----------------------------|---------------|-------|------|-------|------|--------------|
| | | | | | Na | Li | K | Cu | Fe | |
| 実施例1A | 0.5 | 2200 | 50000 | 15 | <0.01 | <0.01 | 0.02 | <0.01 | 0.02 | 85 |
| 実施例2A | 2 | 2200 | 50000 | 15 | <0.01 | <0.01 | 0.03 | <0.01 | 0.03 | 84 |
| 比較例1A | 3 | 2200 | 50000 | 15 | 0.33 | 0.27 | 0.27 | 0.21 | 0.24 | 52 |
| 比較例2A | 5 | 2200 | 50000 | 15 | 0.39 | 0.31 | 0.36 | 0.26 | 0.35 | 47 |

(注) 抵抗は未熔融石英層+生成ガラス層の抵抗

【0024】

【表3】

| | 未熔融石英 粉厚(mm) | 熔融温度 (°C) | 抵抗 (Ω) | 電気量 (C/m ²) | 内表面から1mm以内の範囲 | | | | | フリー化 率(%) |
|-------|-----------------|--------------|-----------|----------------------------|---------------|-------|------|-------|------|--------------|
| | | | | | Na | Li | K | Cu | Fe | |
| 実施例1B | 2 | 2200 | 50000 | 15 | <0.01 | <0.01 | 0.03 | <0.01 | 0.03 | 85 |
| 比較例1B | 2 | 2200 | 70000 | 15 | 0.33 | 0.31 | 0.3 | 0.24 | 0.31 | 43 |
| 比較例2B | 2 | 2200 | 100000 | 15 | 0.3 | 0.38 | 0.38 | 0.28 | 0.38 | 45 |

(注) 抵抗は未熔融石英層+生成ガラス層の抵抗

【0025】

【表 4】

| | 未熔融石英 粉厚(mm) | 熔融温度 (°C) | 抵抗 (Ω) | 電気量 (C/m ²) | 内表面から1mm以内の範囲 | | | | | フリー化 率(%) |
|-------|-----------------|--------------|-----------|----------------------------|---------------|------|------|-------|------|--------------|
| | | | | | Na | Li | K | Cu | Fe | |
| 実施例1C | 2 | 1900 | 50000 | 15 | 0.01 | 0.01 | 0.02 | <0.01 | 0.02 | 84 |
| 比較例1C | 2 | 1850 | 50000 | 15 | 0.24 | 0.28 | 0.24 | 0.18 | 0.24 | 50 |
| 比較例2C | 2 | 1800 | 50000 | 15 | 0.28 | 0.34 | 0.29 | 0.22 | 0.26 | 29 |

(注) 抵抗は未熔融石英層+生成ガラス層の抵抗

【0026】

【表 5】

| | 未熔融石英 粉厚(mm) | 熔融温度 (°C) | 抵抗 (Ω) | 電気量 (C/m ²) | 内表面から1mm以内の範囲 | | | | | フリー化 率(%) |
|-------|-----------------|--------------|-----------|----------------------------|---------------|-------|------|-------|------|--------------|
| | | | | | Na | Li | K | Cu | Fe | |
| 実施例1D | 2 | 2200 | 50000 | 15 | <0.01 | <0.01 | 0.02 | <0.01 | 0.03 | 91 |
| 比較例1D | 2 | 2200 | 50000 | 10 | 0.25 | 0.31 | 0.31 | 0.25 | 0.30 | 33 |
| 比較例2D | 2 | 2200 | 50000 | 5 | 0.27 | 0.31 | 0.29 | 0.26 | 0.30 | 33 |

(注) 抵抗は未熔融石英層+生成ガラス層の抵抗

【0027】

【表 6】

| | Na | Li | K | Cu | Fe |
|----|-------|-------|-------|-------|-------|
| 天然 | 0.23 | 0.25 | 0.22 | 0.15 | 0.22 |
| 合成 | <0.01 | <0.01 | <0.01 | <0.01 | <0.01 |

【0028】

【表 7】

| | 未熔融石英 粉厚(mm) | 熔融温度 (°C) | 抵抗 (Ω) | 電気量 (C/m ²) | 内表面から1mm以内の範囲 | | | | | フリー化 率(%) |
|-------|-----------------|--------------|-----------|----------------------------|---------------|-------|-------|-------|-------|--------------|
| | | | | | Na | Li | K | Cu | Fe | |
| 実施例1E | 0.5 | 2200 | 50000 | 15 | <0.01 | <0.01 | <0.01 | <0.01 | <0.01 | 92 |
| 実施例2E | 2 | 2200 | 50000 | 15 | <0.01 | <0.01 | <0.01 | <0.01 | <0.01 | 93 |
| 比較例1E | 3 | 2200 | 50000 | 15 | 0.07 | 0.1 | 0.7 | 0.06 | 0.06 | 43 |
| 比較例2E | 5 | 2200 | 50000 | 15 | 0.09 | 0.12 | 0.9 | 0.07 | 0.08 | 38 |

(注) 抵抗は未熔融石英層+生成ガラス層の抵抗

【0029】

【表 8】

| | 未熔融石英 粉厚(mm) | 熔融温度 (°C) | 抵抗 (Ω) | 電気量 (C/m ²) | 内表面から1mm以内の範囲 | | | | | フリー化 率(%) |
|-------|-----------------|--------------|--------------------|----------------------------|---------------|-------|-------|-------|-------|--------------|
| | | | | | Na | Li | K | Cu | Fe | |
| 実施例1F | 2 | 2200 | 50000 | 15 | <0.01 | <0.01 | <0.01 | <0.01 | <0.01 | 93 |
| 比較例1F | 2 | 2200 | 70000 | 15 | 0.06 | 0.09 | 0.06 | 0.06 | 0.07 | 49 |
| 比較例2F | 2 | 2200 | 100000 | 15 | 0.1 | 0.14 | 0.08 | 0.08 | 0.09 | 45 |

(注) 抵抗は未熔融石英層+生成ガラス層の抵抗

【0030】

【表 9】

| | 未熔融石英 粉厚(mm) | 熔融温度 (°C) | 抵抗 (Ω) | 電気量 (C/m ²) | 内表面から1mm以内の範囲 | | | | | フリー化 率(%) |
|-------|-----------------|--------------|--------------------|----------------------------|---------------|-------|-------|-------|-------|--------------|
| | | | | | Na | Li | K | Cu | Fe | |
| 実施例1G | 2 | 1900 | 50000 | 15 | <0.01 | <0.01 | <0.01 | <0.01 | <0.01 | 90 |
| 比較例1G | 2 | 1850 | 50000 | 15 | 0.07 | 0.09 | 0.08 | 0.06 | 0.06 | 39 |
| 比較例2G | 2 | 1800 | 50000 | 15 | 0.16 | 0.18 | 0.12 | 0.09 | 0.09 | 29 |

(注) 抵抗は未熔融石英層+生成ガラス層の抵抗

【0031】

【表 10】

| | 未熔融石英 粉厚(mm) | 熔融温度 (°C) | 抵抗 (Ω) | 電気量 (C/m ²) | 内表面から1mm以内の範囲 | | | | | フリー化 率(%) |
|-------|-----------------|--------------|--------------------|----------------------------|---------------|-------|-------|-------|-------|--------------|
| | | | | | Na | Li | K | Cu | Fe | |
| 実施例1H | 2 | 2200 | 50000 | 15 | <0.01 | <0.01 | <0.01 | <0.01 | <0.01 | 91 |
| 比較例1H | 2 | 2200 | 50000 | 10 | 0.06 | 0.08 | 0.06 | 0.05 | 0.06 | 31 |
| 比較例2H | 2 | 2200 | 50000 | 5 | 0.08 | 0.09 | 0.07 | 0.06 | 0.07 | 29 |

(注) 抵抗は未熔融石英層+生成ガラス層の抵抗

【図面の簡単な説明】

【図 1】 本発明を実施する装置構成を示す概念図

【図 2】 ルツボの絶縁方法を示す概念図

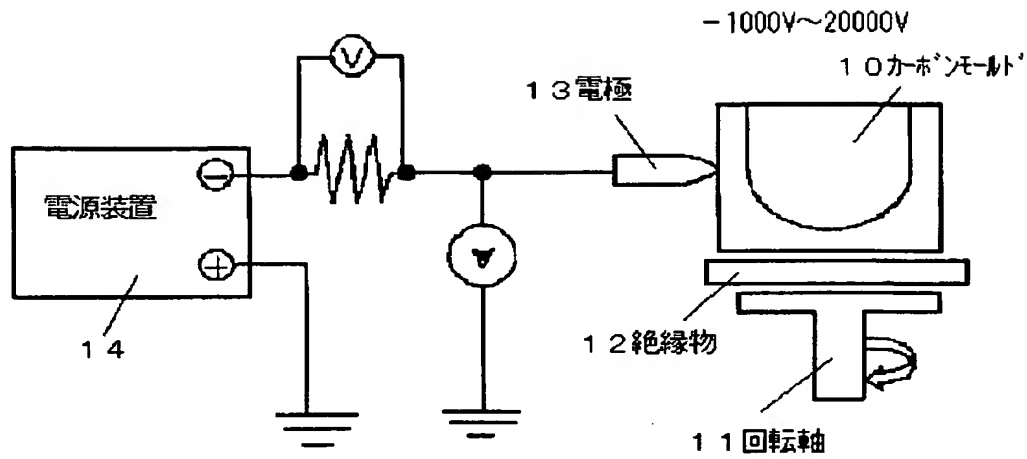
【図 3】 ルツボの絶縁方法を示す概念図

【符号の説明】 10-モールド、11-回転台、12-絶縁材、13-電

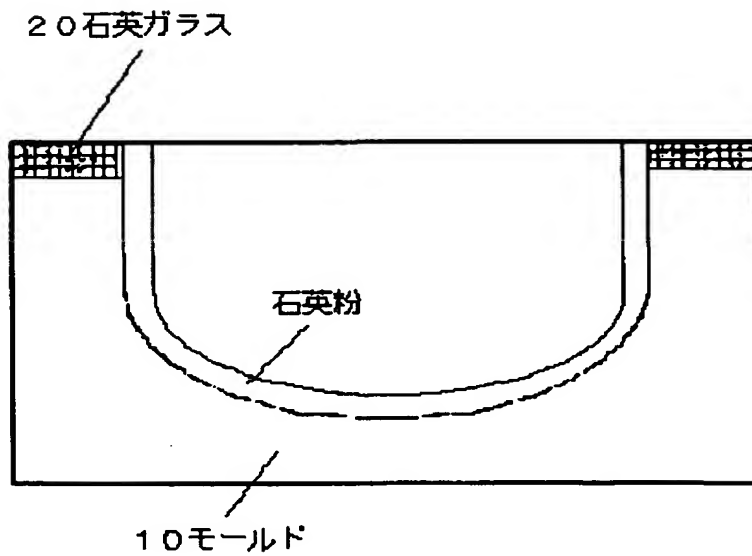
極、 1 4 - 電源、 2 0、 2 1 - 石英ガラス材

【書類名】 図面

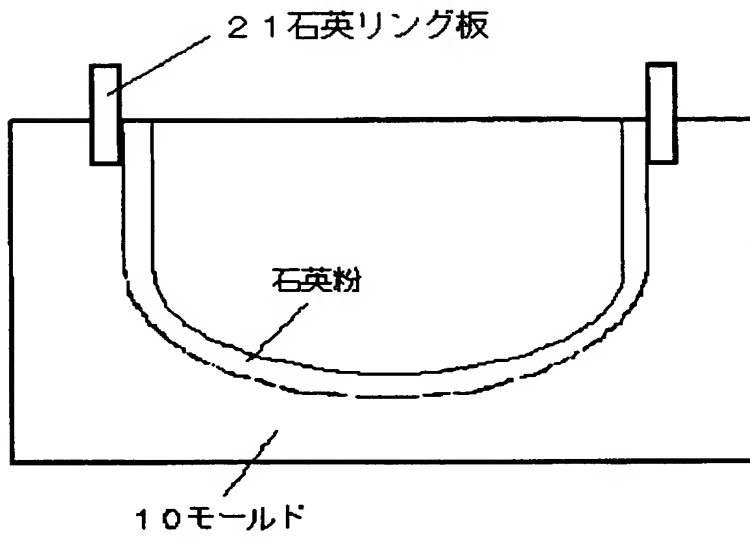
【図 1】



【図 2】



【図 3】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 ルツボ内周部分の不純物濃度が低い高純度石英ルツボとその製造方法を提供する。

【手段】 中空回転モールド内面の石英原料粉をアーク加熱して石英ルツボを製造する際に、モールドとアーク電極の間に電圧をかけてルツボ内周側の熔融石英ガラスに含まれる不純物金属を外周側に移動させて熔融石英ガラス層の純度を高める方法において、対地アーク電極電位を $\pm 500\text{ V}$ 以内に保ち、対地絶縁したモールドに $-1000\text{ V} \sim -20000\text{ V}$ の電圧を印加して、外周側の未熔融石英層に対して高電圧を印加することによって、内表面から深さ 1 mm の領域に含まれる少なくとも Na および Li が何れも 0.05 ppm 以下である石英ガラスルツボを得る。

【選択図】 図 1

特願 2 0 0 3 - 0 9 8 7 7 0

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [5 9 2 1 7 6 0 4 4]

| | |
|----------|-------------------------|
| 1. 変更年月日 | 2 0 0 2 年 5 月 2 2 日 |
| [変更理由] | 名称変更 |
| 住 所 | 東京都千代田区丸の内 1 丁目 5 番 1 号 |
| 氏 名 | ジャパンスーパーコート株式会社 |

特願 2 0 0 3 - 0 9 8 7 7 0

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[3 0 2 0 0 6 8 5 4]

1. 変更年月日

2 0 0 2 年 1 月 3 1 日

[変更理由]

新規登録

住 所

東京都港区芝浦一丁目 2 番 1 号

氏 名

三菱住友シリコン株式会社